

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 272 183
A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 87402801.2

(51) Int. Cl. 4: C05G 1/06, B01J 19/26

(22) Date de dépôt: 10.12.87

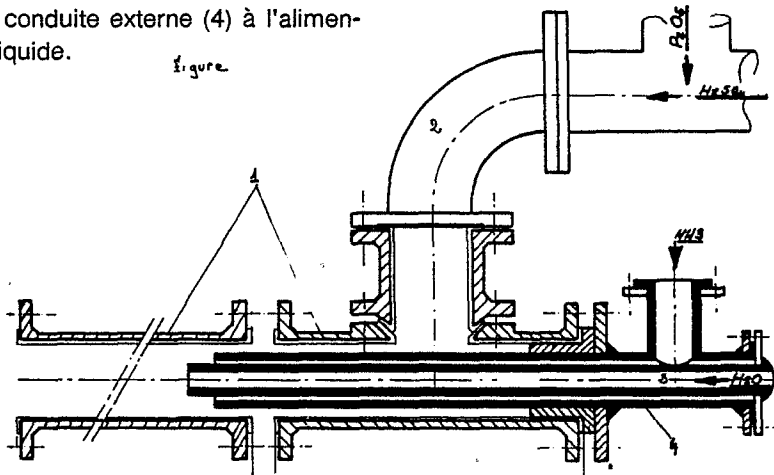
(30) Priorité: 18.12.86 GR 862922

(43) Date de publication de la demande:
22.06.88 Bulletin 88/25(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE(71) Demandeur: CdF CHIMIE AZOTE ET
FERTILIZANTS S.A.
143 Route d'Espagne B.P. No. 3145
F-31053 Toulouse(FR)(72) Inventeur: Belis, Dimitrios
Arrrianou 16
GR-546 35 Thessalonique(GR)
Inventeur: Chinal, Pierre
23 Rue des Haies
F-76160 Martin du Vivier(FR)
Inventeur: Priat, Jean François
23 Rue des Capucines
F-76420 Bihorel(FR)(74) Mandataire: Fourquet, Antoinette
SOCIETE CHIMIQUE DES CHARBONNAGES
S.A. Service Propriété Industrielle B.P. No. 57
F-62670 Mazingarbe(FR)

(54) Réacteur tubulaire perfectionné pour la fabrication de phosphates d'ammonium contenant du sulfate d'ammonium.

(57) Réacteur tubulaire (1) pour la fabrication de phosphates d'ammonium contenant du sulfate d'ammonium muni à sa tête de conduite d'alimentation en acide phosphorique et sulfurique et de deux conduites concentriques axiales, la conduite intérieure (3) servant à l'alimentation en eau et/ou eaux de lavage et la conduite externe (4) à l'alimentation en ammoniac liquide.

figure



REACTEUR TUBULAIRE PERFECTIONNE POUR LA FABRICATION DE PHOSPHATES D'AMMONIUM CONTENANT DU SULFATE D'AMMONIUM.

La présente invention concerne un réacteur tubulaire perfectionné pour la fabrication de phosphates d'ammonium contenant du sulfate d'ammonium. Ces phosphates contenant du sulfate sont utilisés comme engrais et la quantité de sulfate varie selon la formule d'engrais désirée.

Les réacteurs tubulaires sont bien connus. Il consiste en une simple longueur de tube de relativement faible diamètre sans garnissage interne. Les réacteurs tubulaires généralement utilisés sont horizontaux ou faiblement inclinés (au plus 45°) par rapport à l'horizontale. Ils ont un diamètre intérieur compris entre 200 et 10 mm pour une longueur de 1,50 m à 10 m. Le rapport longueur/diamètre n'est en général pas inférieur à 50. Des réacteurs tubulaires sont par exemple décrits dans les brevets USA 39549421 et 3310371 et français n° 2172826 et 2199478.

Ils sont utilisés pour la neutralisation d'acides, en particulier d'acide phosphorique pour la fabrication de phosphates d'ammonium ou de polyphosphates ou de mélanges d'acide phosphorique et d'acide sulfurique. Généralement le réacteur est situé à l'entrée d'un granulateur ou d'un sécheur. Les gaz sortant du granulateur et du sécheur sont lavés, et les eaux de lavage sont fréquemment recyclées dans l'installation de fabrication d'engrais, en particulier dans le réacteur tubulaire.

La présente invention concerne un réacteur tubulaire pour la fabrication de phosphates d'ammonium contenant de sulfate d'ammonium dans lequel on introduit dans le réacteur de l'eau et/ou des eaux de lavage des gaz. Dans ce cas, comme on traite un mélange d'acide phosphorique et d'acide sulfurique on se heurte à de nombreux problèmes de corrosion. Pour diminuer la corrosion on a proposé de diluer l'ammoniac par de l'eau et/ou des eaux de lavage (USP 3954942) mais il y a encore corrosion de l'injecteur d'ammoniac. Il n'est pas possible de diluer l'acide sulfurique avant son introduction dans le tube car cette dilution est fortement exothermique. Une des solutions actuellement utilisée est de diluer l'acide phosphorique. Mais les risques de corrosion ne sont pas nuls et il est nécessaire de gainer de polytétrafluoroéthylène toute la paroi interne de la tête du tube. Mais la mise en place de cette gaine demande des usinages et des emboîtages difficiles, d'autant plus que le polytétrafluoroéthylène a un coefficient de dilatation important. D'autre part il n'existe pas dans le commerce de pièces de grandes dimensions en polyfluorotétraéthylène et on est obligé pour garnir la tête du réacteur tubulaire d'ajuster un grand nombre de pièces. La demanderesse a essayé

d'introduire dans le réacteur tubulaire l'eau et/ou les eaux de lavage par deux conduites parallèles à l'axe du réacteur tubulaire. Mais dans ce cas la corrosion de la conduite d'alimentation en eau et/ou eaux de lavage est très rapide.

Le réacteur selon la présente invention permet de préparer des phosphates d'ammonium contenant des sulfates sans qu'il y ait de problème de corrosion.

La présente invention concerne un réacteur tubulaire perfectionné pour la fabrication de phosphates d'ammonium contenant du sulfate d'ammonium muni à sa tête de conduites d'alimentation en acide phosphorique, acide sulfurique, ammoniac liquide et en eau et/ou d'eaux de lavage caractérisé par le fait que la conduite d'alimentation en eau et/ou eaux de lavage et la conduite d'alimentation en ammoniac liquide sont concentriques et symétriques par rapport à l'axe du réacteur tubulaire et que la conduite d'alimentation en eau et/ou eaux de lavage est à l'intérieure de la conduite d'alimentation en ammoniac liquide.

Dans ces conditions on a constaté que la corrosion est quasiment nulle, en particulier il n'y a plus corrosion de la conduite d'alimentation en eau/ou eaux de lavage.

La description donnée ci-dessous d'un réacteur tubulaire perfectionné et la figure jointe permettront de mieux comprendre l'invention.

La figure jointe est une vue en coupe longitudinale partielle d'un réacteur tubulaire (1). Selon le mode de réalisation représenté, à la tête du réacteur tubulaire se trouve une conduite d'alimentation (2) en mélange d'acide sulfurique et d'acide phosphorique. Cette conduite sulfurique s'ouvre perpendiculairement dans le réacteur tubulaire (1). Cette conduite pourrait s'ouvrir tangentiellement dans le réacteur tubulaire (1). On pourrait également prévoir d'introduire l'acide phosphorique et l'acide sulfurique par deux conduites séparées, de préférence diamétralement opposées, ces conduites pouvant également s'ouvrir perpendiculairement ou tangentiellement dans le réacteur tubulaire (1). Dans l'axe du réacteur tubulaire (1) se trouvent la conduite d'alimentation en ammoniac liquide (4). Ces deux conduites (3) et (4) sont concentriques et l'ammoniac circule dans l'espace annulaire compris entre les conduites (3) et (4). Dans ces conditions l'eau et/ou les eaux de lavage sont refroidies par l'ammoniac liquide. Les conduites (3) et (4) sont de préférence en acier inoxydable. On peut éventuellement prévoir de revêtir les parois extérieures de la conduite (4) d'une couche de polytétrafluoroéthylène.

EXEMPLE

Dans un réacteur tubulaire ayant un diamètre de 150 mm et une longueur de 5,00 m on introduit :

- 12 t/h d'ammoniac liquide
- 18 m³/h d'acide sulfurique à 93%
- 30 m³/h d'acide phosphorique à 26%
- 12 m³/h d'eaux de lavage des gaz sortant de l'atelier de granulation

5

10

Lorsqu'on utilise un réacteur tubulaire dont la tête est identique à celle représentée sur la figure jointe sauf que les conduites d'alimentation (3) et (4) ne sont pas concentriques mais séparées et parallèles on constate que la conduite d'alimentation (3) en eau et/ou eaux de lavage est complètement corrodée en moins de 10 jours.

15

Lorsque comme représenté sur la figure jointe les conduites sont concentriques on constate qu'après plus d'un an la conduite d'alimentation en eau de lavage (3) n'est toujours pas corrodée.

20

Revendications

25

REYENDICATIONS

Réacteur tubulaire perfectionné pour la fabrication de phosphates d'ammonium contenant du sulfate d'ammonium muni à sa tête de conduites d'alimentation en acide phosphorique, acide sulfurique, ammoniac liquide et en eau et/ou eaux de lavage caractérisé par le fait que la conduite d'alimentation en eaux et/ou eaux de lavage et la conduite d'alimentation en ammoniac liquide sont concentriques et symétriques par rapport à l'axe du réacteur tubulaire et que la conduite d'alimentation en eau et/ou eaux de lavage est à l'intérieure de la conduite d'alimentation en ammoniac liquide.

30

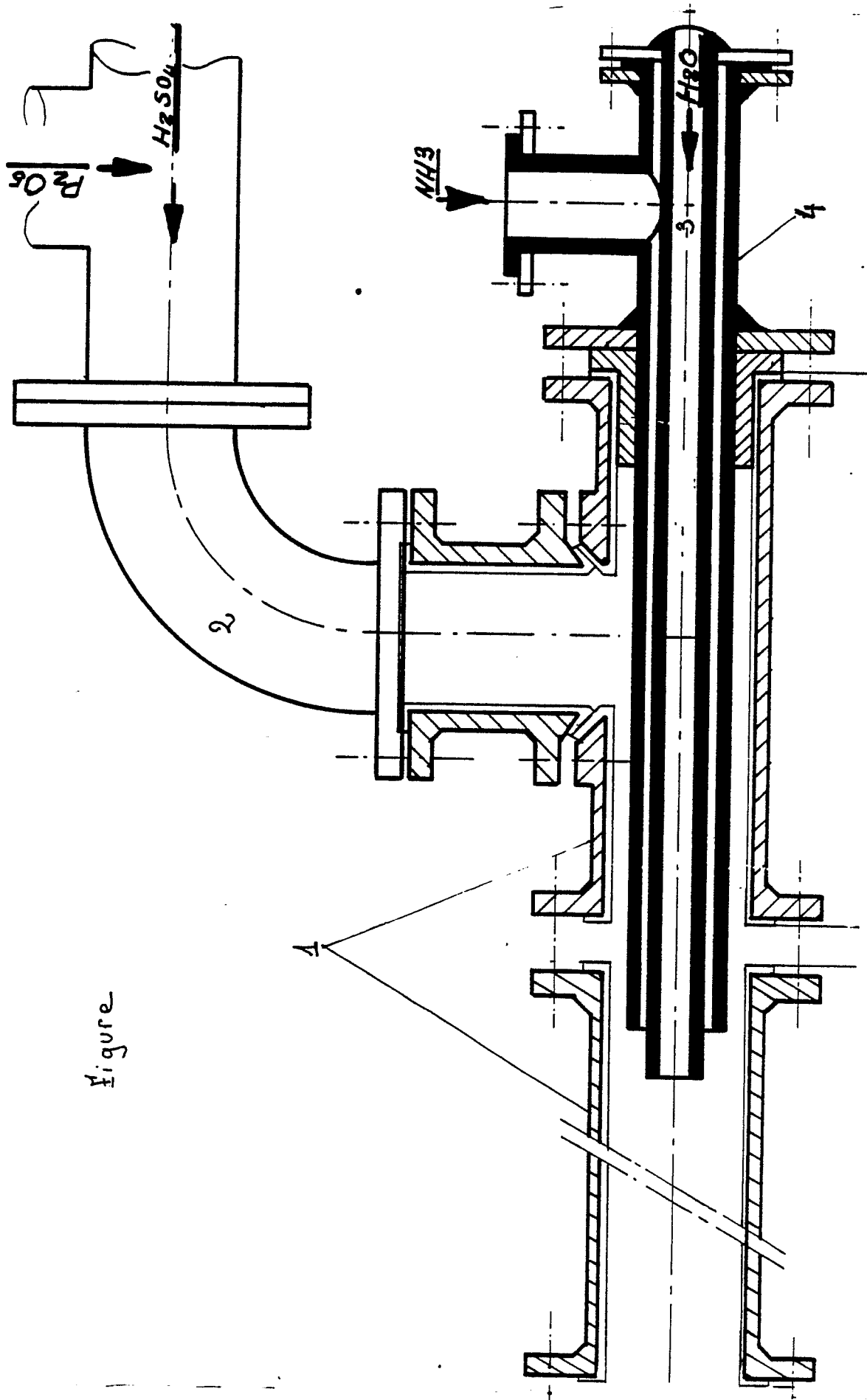
35

40

45

50

55



Figure



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 87 40 2801

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
D,A	US-A-3 954 942 (F.P. ACHORN et al.) * Figures 2,3; revendications * ---	1	C 05 G 1/06 B 01 J 19/26
D,A	US-A-3 310 371 (W.A. LUTZ) * Figure; revendications * ---	1	
A	EP-A-0 083 122 (THE PROCTER & GAMBLE CO.) ---		
A	FR-A-2 125 506 (BADISCHE ANILIN- & SODA FABRIK AG) ---		
A	FR-A-2 156 375 (BADISCHE ANILIN- & SODA FABRIK AG) -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
			C 01 B C 05 B B 01 F B 01 J
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 25-02-1988	Examineur SCHUT, R. J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			